

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 56083467
PUBLICATION DATE : 08-07-81

APPLICATION DATE : 10-12-79
APPLICATION NUMBER : 54159270

APPLICANT : HODOGAYA CHEM CO LTD;

INVENTOR : KANASHIKI TOSHIKATA;

INT.CL. : C07C143/68 A01N 41/02 C07C143/86

TITLE : BENZAMIDE DERIVATIVE AND
HERBICIDE CONTAINING THE SAME



ABSTRACT : NEW MATERIAL: A benzamide derivative of the formula (R is alkylsulfonyloxy, halo-substituted alkylsulfonyloxy, alkyl-substituted phenylsulfonyloxy, etc.).

EXAMPLE: 4-Methylsulfonyloxy-N-(2,3-dichlorophenyl)-benzamide.

USE: A highly selective herbicide capable of suppressing the germination and growth of weeds and exhibiting a remarkable control effect on gramineous weeds, e.g. a barnyard grass, and monochoria of the family Pontederiaceae, etc. by the soil treatment under flooded conditions and inhibitory effects on broadleaf weeds such as long stemmed water-wort. Little phytotoxicity to transplanted rice plants.

PROCESS: Potassium salt of 4-hydroxy-N-(2,3-dichlorophenyl)-benzamide is reacted with various sulfonyl chlorides in the presence or absence of a basic salt in an organic solvent to give the compound of the formula.

⑯ 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56-83467

⑬ Int. Cl.³
C 07 C 143/68
A 01 N 41/02
C 07 C 143/86

識別記号

厅内整理番号
7162-4H
7142-4H
7162-4H

⑭ 公開 昭和56年(1981)7月8日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ ベンズアミド誘導体およびそれを含有する除草剤

宇都宮市石井町2992-59

⑯ 発明者 金敷利隆

東京都北区王子6丁目2番30号
保土谷化学工業株式会社中央研究所

⑰ 特 願 昭54-159270

⑱ 出 願 昭54(1979)12月10日

⑲ 発明者 竹松哲夫

宇都宮市峰町3の612

⑳ 発明者 保谷正明

⑲ 出願人 保土谷化学工業株式会社

東京都港区虎ノ門1丁目4番2号

ロ置換アルキルスルホニルオキシ基、アルキル置換フェニルスルホニルオキシ基、アルキルサルファモイルオキシ基を示す。)で表わされるベンズアミド誘導体を含有する除草剤。

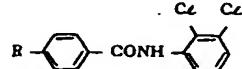
2. 発明の詳細な説明

本発明は特定のベンズアミド誘導体およびそのベンズアミド誘導体を含有する除草剤に関するものである。

本発明者らは、各種の化合物について除草活性を検討していたところ、特定のベンズアミド誘導体の特異な作用を見い出し、本発明を完成せざるに至つた。

すなわち、本発明における第一の発明は、次に示すベンズアミド誘導体であり、第二の発明は、そのベンズアミド誘導体を有効成分とする除草剤である。

一般式



(式中のRは、アルキルスルホニルオキシ基、ハロ置換アルキルスルホニルオキシ基、アルキル置換フェニルスルホニルオキシ基、アルキルサルファモイルオキシ基を示す。)で表わされるベンズアミド誘導体。

2. 一般式



(式中のRは、アルキルスルホニルオキシ基、ハ

(式中のRは、アルキルスルホニルオキシ基、ハロ置換アルキルスルホニルオキシ基、アルキル置換フェニルスルホニルオキシ基、アルキルサルファモイルオキシ基を示す。)

次に、本発明に係るベンズアミド誘導体の代表的なものを表に示す。なお、表中の構造式について、便宜上置換基のみを示す。



化合物名	R	物性
1	CH_3SO_3-	m.p. 148~151°C
2	$\text{C}_2\text{H}_5\text{SO}_3-$	m.p. 117~119
3	$\text{n-C}_3\text{H}_7\text{SO}_3-$	m.p. 111~113
4	$\text{i-C}_3\text{H}_7\text{SO}_3-$	m.p. 127~129.5
5	$\text{n-C}_4\text{H}_9\text{SO}_3-$	m.p. 107.5~109
6	$\text{CH}_3-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3-$	m.p. 168.5~170.5

-3-

ン4gを50mLの4つロフラスコに仕込み、室温で搅拌したまま、この中に、メタンスルホニルクロライド0.3mLとアセトン4mLの溶液を少しずつ滴下していく。滴下終了後、反応液を加熱していく。アセトンが還元するような状態で6時間加熱搅拌をして反応を終了させた。反応終了後、反応液中のアセトンを、ロータリーエバボレーターにて蒸発除去し、この残渣を酢酸エチル約200mLに溶解した。この酢酸エチルの溶液を、水を少し加えながら3%の水酸化ナトリウム水溶液100mL×3回及び水100mL×3回で洗浄し、その後、無水硫酸ナトリウムで脱水沪過した後に、酢酸エチルを蒸発除去し、目的物の、4-メチルスルホニルオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミド0.68gを得た。収率86.3%。融点148~151°Cであつた。

合成例2

4-ヒドロオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミドのカリウム塩0.7g、炭酸カリウム0.31g、テトラヒドロフラン4mLを室温

化合物名	R	物性
7	$\text{CC}_6\text{H}_4\text{SO}_3-$	m.p. 261.5~264.5
8	$\text{CH}_3-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_3-$	m.p. 151~153

本発明の化合物は、4-ヒドロオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミドのカリウム塩と、各種のスルホニルクロライド、サルファモイルクロライドと、炭酸カリウム等の塩基性塩基の存在下、または非存在下で、アセトン、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等の有機溶媒中で反応させることによつて、簡単に、しかも高収率、高純度で得ることができます。

次に、その代表的な合成例を示す。

合成例1

4-ヒドロオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミドのカリウム塩0.7gとアセト

-4-

で搅拌しました。この中に、ジメチルサルファモイルクロライド0.5mLとテトラヒドロフラン2mLの溶液を滴下していく。滴下終了後、反応液を加熱して、テトラヒドロフランが還流する状態で、8時間ほど加熱搅拌をして反応を終了させた。反応終了後、反応液中のテトラヒドロフランを蒸発除去し、残渣を約200mLのベンゼンにて溶解した。このベンゼン溶液を、3%水酸化ナトリウム水溶液100mL×3回及び水100mL×3回で洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで脱水、伊洛した後に、溶剤を蒸発除去した。この残渣をベンゼンにて再結晶することにより目的物の4-ジメチルサルファモイルオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミド0.67gを得た。収率78.7%、融点151~153°Cであつた。

合成例3

4-ヒドロオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミドのカリウム塩0.5gと炭酸カリウム0.22g、アセトン4mLの混合脱脂液を室温で搅拌しながら、このなかに、ロートルエンス

-5-

-6-

ルホニルクロライド 0.45 g とアセトン 4 g の混合液を添加した。その後、室温のまま 7 時間攪拌して反応を終了させた。反応終了後、反応液をロータリーエバボレーターで蒸発乾固し、蒸発残渣に酢酸エチル 200 mL を加えてよく溶解したのちに、この酢酸エチル溶液を、分液ロートにて、3% NaOH 100 mL × 5 回、次に、水道水 100 mL × 3 回でよく洗浄し、その後、酢酸エチル層を無水硫酸ナトリウムで脱水沪過し、沪液を蒸発乾固し、得られた蒸発残渣をベンゼンにて再結晶を行なうと、目的物の 4-(p-トルエンスルホニルオキシ)-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミドが 0.49 g 得られた。収率 71.9%。融点 168.5 ~ 170.5 °C であつた。

本発明の除草剤は、有効成分化合物を各種担体と混合して、水和剤、乳剤、粉剤、粒剤などの形態に製剤化して得られる。担体のうち、液状担体としては、通常の有機溶媒、固体担体としては、通常の鉱物質微粉が使用される。また、製剤製造に際して乳化性、分散性、吸着性等を付与するた

特開昭56-83467(3)
めに界面活性剤を添加できる。さらに、肥料、除草剤、殺虫剤、殺菌剤などの農薬と混合して使用することもできる。

本発明の除草剤は、主として雑草の発芽および生長を抑制し、特に湛水条件下における土壌処理で、ノビエ、スメリグサ、アゼガヤなどのイネ科雑草およびミズアオイ科のコナギ等に卓越した防除効果を示すばかりでなく、ミゾハコベ、ヤカシグサ等の広葉雑草にも生長抑制効果が見られ、しかも、移植水稻に対する害寄生ほとんど見られない、高選択性除草剤である。

次に本発明の除草剤を製剤例および試験例について説明する。

製剤例 1 (水和剤)

シークライト	9.7 重量部
ネオペレックスパウダー	1.5 重量部
(商標名: 花王アトラス糊壁)	
ソルボール 800A	1.5 重量部

(商標名: 東邦化学工業糊壁)

以上の成分を均一に粉碎混合して、水和剤用の

-7-

-8-

キャリヤーを得た。

上記の如くして得られた水和剤用キャリヤー 9.0 重量部と、4-メチルスルホニルオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミド 1.0 重量部とを均一に粉碎混合して、水和剤を得た。

製剤例 2 (乳剤)

4-エチルスルホニルオキシ-N-(2,3-ジクロルフェニル)-ベンズアミド	1.0 重量部
シクロヘキサン	4.0 重量部
キシレン	4.0 重量部
ソルボール 800A	1.0 重量部

以上の成分を均一に混合溶解して、乳剤を得た。

試験例

1/15500 ラールの粗製ボットに水田土壌をつめ、表面にノビエ、スメリグサ、アゼガヤおよびコナギの種子を均一に播種し、2 cm の深さに湛水した。さらに播種 2 週間の水稻苗(品種: 日本晴)を 2 本移植した。その後、雑草の発芽時に、各被

後化合物の水和剤希釈液を、各薬剤の所定量だけ、水中に滴下処理した。薬剤処理後 20 日目に、ノビエ、スメリグサ、アゼガヤおよびコナギに対する除草効力、ならびに移植水稻の薬剤に対する反応を下記の基準によつて観察調査を行なつた。

除草効果	移植水稻の葉害
0: 無(効果なし)	-: 無害
1: 弱	±: 微害
2: 小	+: 小害
3: 中	#: 中害
4: 大	##: 大害
5: 极大(100%除草)	

この結果を次の表に示す。

-9-

-10-

化合物 No.	処理量 g/10a	水 桶 容 器	除 草 効 果			
			ノビエ	ヌメリグサ	アセガヤ	コナギ
1	1000	土	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	4
	125	—	5	5	5	4
2	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	5
	125	—	5	5	5	5
3	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	5
	125	—	5	5	5	5
4	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	5
	125	—	5	5	5	5
5	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	5
	125	—	5	5	5	4.5~5
6	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	5
	125	—	5	4.5	5	4.5

保土谷化学工業株式会社

-11-

5.補正により増加する発明の数 なし
 6.補正の対象 明細書の発明の詳細を説明の欄
 7.補正の内容
 (1)明細書第4ページの表の下部に次のものを加入する。

9	CF ₃ SO ₂ -	m.p. 129~131
10	C ₂ C ₃ H ₅ SO ₂ -	m.p. 112~114.5

(2)明細書第11ページの表の下部に次のものを加入する。

9	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	4.5~5	4.5	5	4.5
	125	—	4.5	4.5	4.5	4.5
10	1000	—	5	5	5	5
	500	—	5	5	5	5
	250	—	5	5	5	4.5~5
	125	—	4.5~5	4.5	4.5~5	4.5

保土谷化学工業株式会社

-2-

-376-

特開昭56- 83467(4)

手 続 楽・正 告 (自 発)

昭和55年 7 月 24 日

特許庁長官 川 原 雄 雄

1.事件の表示

昭和54年特許願第159270号

2.発明の名称

ベンズアミド誘導体およびそれを含有する除草剤

3.補正をする者

事件との関係 特許出願人

郵便番号 105

住所 東京都港区虎ノ門一丁目4番2号

名称 (531) 保土谷化学工業株式会社

代表者 取締役社長 森 本 俊 夫

電話 504-8723

4.補正命令の日付

昭和 年 月 日

